REVISTA DE LA SOCIEDAD VENEZOLANA
DE CATALISIS. 1987.
D6-1
Pags. D6-1 a D6-4

ESTUDIO POR ESPECTROMETRIA DE MASAS DEL ION AMONIO EN LA ZEOLITA X INTERCAMBIADA EN MEDIO NO ACUOSO (DMSO).

M. Hunger, H. Espaillat*, P. Munar*, A. Martínez y A. Correa.
Departamento de Física y Escuela de Química*, Facultad de Ciencias U.C.V., Caracas 1020A, A.P. 21201, Venezuela.

RESUMEN

Se estudiaron las curvas de termodescomposición del ión NH_4^+ intercambiado al 30% en una zeolita X utilizando como solvente DMSO, a presiones por encima de la muestra de 10^{-4} mb y 10^{-2} mb respectivamente.

Fue posible distinguir diferentes sitios de ubicación del ión NH_4^+ en la zeolita y se encontró que un aumento de la presión por encima de la muestra disminuye la descomposición del ión NH_4^+ a la misma temperatura.

INTRODUCCION

La zeolita NH_4^+ faujasítica es un producto intermediario en la producción de zeolitas ácidas, que son usadas como materia prima en la fabricación de catalizadores S.P. Zhdanov (1) publicó espectros de infrarrojo de transmisión del ión NH_4^+ y P. Chu (2,3) presentó resultados obtenidos mediante el análisis térmico diferencial.

En estudios recientes hechos por M. Hunger y colaboradores (4,5) utilizando la técnica de espectrometría de masas se obtuvieron informaciones acerca del número de sitios del ión amonio y de la interacción del mismo con su ambiente.

En el trabajo aquí presentado, por primera vez, se realizó el intercambio del ión NH_4^+, utilizando un solvente no acuoso como lo es el dimetilsulfóxido (DMSO) con el objetivo de obtener una zeolita amónica con el mínimo contenido de agua.

PARTE EXPERIMENTAL

Materiales: En este estudio se utilizó la zeolita X de la Casa Linde, Unión Carbide. Para el intercambio se usó NH_4Cl de la Casa Merck y como solvente se empleó dimetilsulfóxido (DMSO) de la Casa Merck.

Métodos: El intercambio se realizó con una solución saturada de NH_4Cl en dimetilsulfóxido a una temperatura de 40°C con agitación y durante 24 horas, lográndose intercambiar la zeolita en un 30% por el ión amonio.

Las curvas de termodescomposición del ión amonio se obtuvieron utilizando un espectrómetro de masas del tipo Quadruvac 200 de la Casa Leybold-Heraeus, instalado en un sistema de alto vacío ($\sim 10^{-4}$ mb). También, para medir a presiones más altas sobre la muestra se colocó un capilar entre el espectrómetro de masas y la misma, alcanzándose aproximadamente una presión de 10^{-2} mb. Los espectros de masas se registraron a temperatura constante en las muestras en un rango entre 25°C y 500°C, en forma escalonada.

RESULTADOS Y DISCUSION

En la figura 1 se presentan las alturas del pico 17 de los espectros de masas obtenidos en función de las temperaturas de las muestras estudiadas a una presión de 10^{-4} mb y 10^{-2} mb respectivamente. Como se puede ver, los picos graficados varían notablemente su altura con la temperatura, donde la descomposición del ión NH_4^+ representada por la desorción de NH_3 ocurre a diferentes temperaturas cuando se varía la presión total por encima de la muestra. Para una presión de 10^{-4} mb sobre la muestra, la desorción del NH_3 ocurre en su mayor parte a bajas temperaturas (entre 60°C y 120°C con máximos a 115°C) y el resto en el rango entre 210°C y 400°C (con máximos en 225°C, 295°C y 370°C), mientras que para una presión de 10^{-2} mb por encima de la muestra, se observan tres picos bien definidos de aproximadamente la misma intensidad en 125°C, 315°C y 380°C, y un pequeño pico a 255°C.

En base a la estructuración que presentan las curvas de

RESULTADOS Y DISCUSION

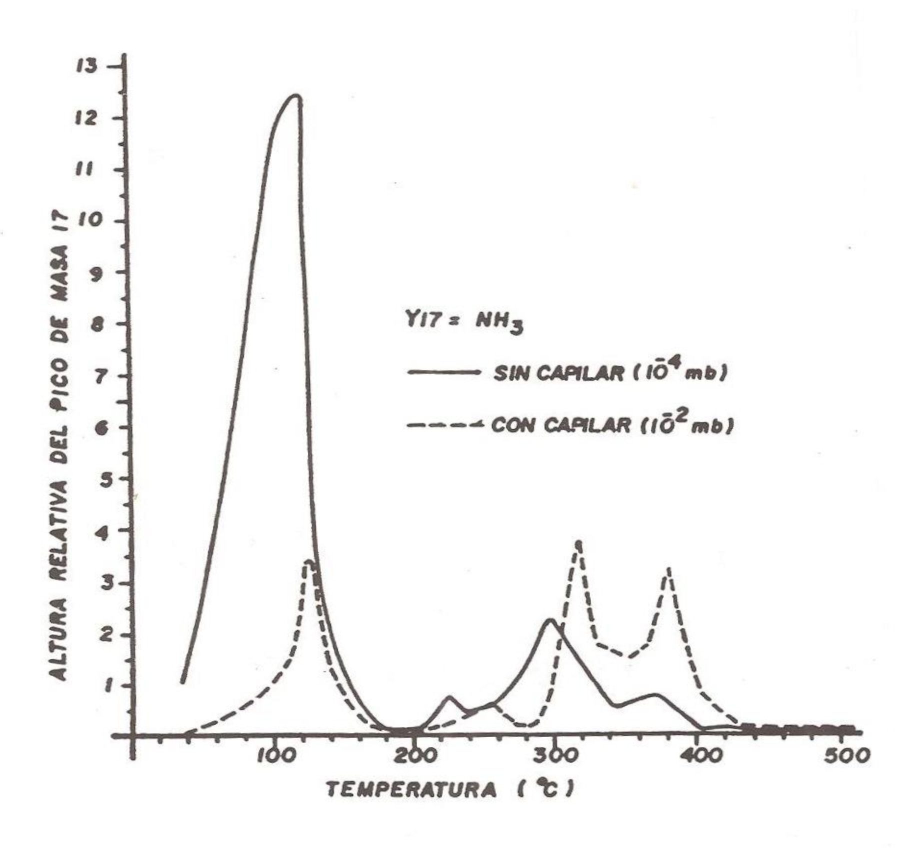


FIGURA 1. Curvas de termodescomposición del ión NH_4^+ de la zeolita NH_4X intercambiada en medio no acuoso (DMSO).

desorción del NH_3, se puede presumir por lo menos cuatro diferentes sitios de ubicación para el ión NH_4^+ en la red cristalina zeolítica que se caracterizan por tener diferente estabilidad térmica. Este resultado lo podemos interpretar diciendo que la desorción del NH_3 a bajas temperaturas es indicativo de un ión NH_4^+ que interacciona más fuertemente con su medio ambiente.

Comparando las curvas de desorción a diferentes condiciones de presión, en el caso de mayor presión sobre la muestra, se observa un desplazamiento de los máximos de desorción hacia más altas temperaturas de 20°C aproximadamente. Este efecto se puede atribuir a la mayor cantidad total de moléculas adsorbidas en la superficie, estabilizando térmicamente al ión NH_4^+. Una confirmación de este hecho es la alta intensidad del pico de NH_3 a bajas temperaturas en la muestra a baja presión (10^{-4} mb), donde el ión NH_4^+ está acoplado únicamente a la red zeolítica.

REFERENCIAS

1. S.P. Zhdanov, A.V. Kizelev, VI Lygoin y I.Titova, Zh. fiz.Khim. 38, 2408 (1964) y 39, 2554 (1965).
2. P. Chu, J. Catalysis, 43, 346 (1976).
3. P. Chu y F. Dwyer, J. Catalysis, 61, 454 (1980).
4. M. Hunger, A. Martínez, A. Brito, H. Espaillat y A. Correa, Actas del IX Simposio Iberoamericano de Catálisis, Lisboa, Portugal. Tomo I, 319 (1984).
5. M. Hunger, H. Espaillat, A. Martínez, M. Barrios, R. Vargas, M. Mendoza y A. Correa. Actas del X Simposio Iberoamericano de Catálisis, Mérida, Venezuela, Tomo II, 948 (1986).